

## บทที่ 3

### ระเบียบวิธีการวิจัย

#### 3.1 วิธีการดำเนินการวิจัย และสถานที่ทำการเก็บรวบรวมข้อมูล

3.1.1 ขั้นตอนการวิจัยจะแบ่งเป็น 2 ส่วนคือ

- 1) ปฏิบัติการทดลองในห้องปฏิบัติการ
- 2) ปฏิบัติการทดลองจากแหล่งผลิตหญ้าเนเปียร์และการเผาถ่านจากหญ้าเนเปียร์

โดยเทคโนโลยีชาวบ้าน

3.1.2 สถานที่ทำการประดิษฐ์ ทดลอง วิจัยหรือเก็บข้อมูล

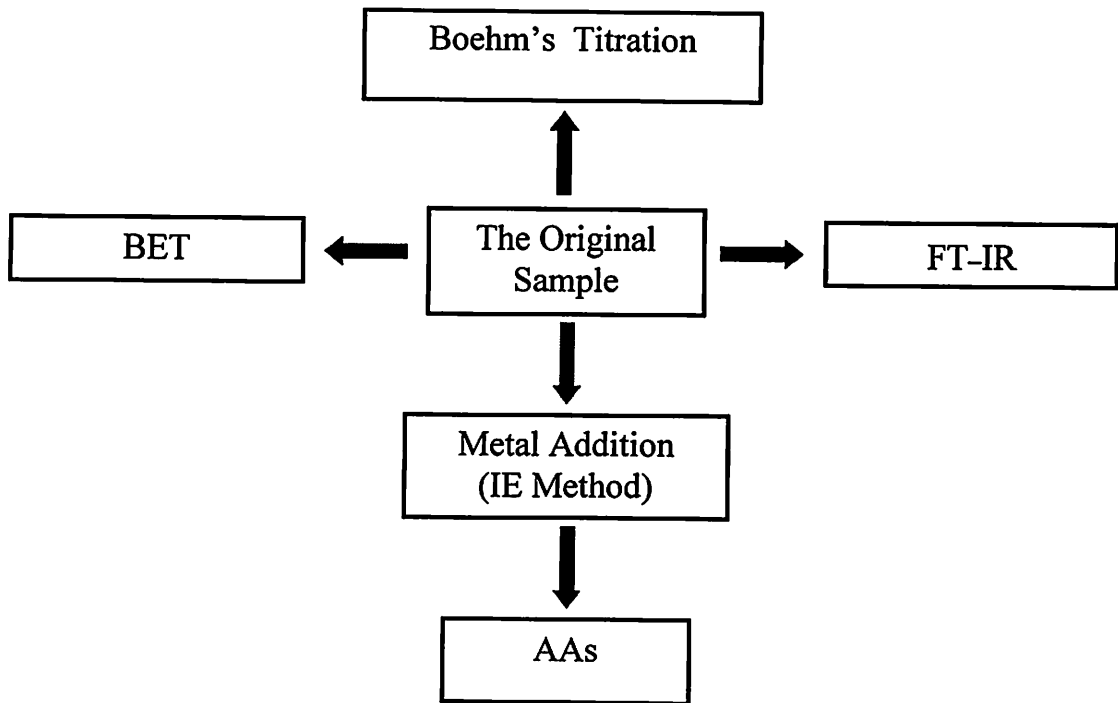
- 1) ห้องปฏิบัติการเคมี อาคาร 5 มหาวิทยาลัยศรีปทุม
- 2) ห้องปฏิบัติการทางด้านวัสดุ ภาควิชาเทคโนโลยีการบรรจุและวัสดุ

คณะอุตสาหกรรมเกษตร มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ (บางเขน)

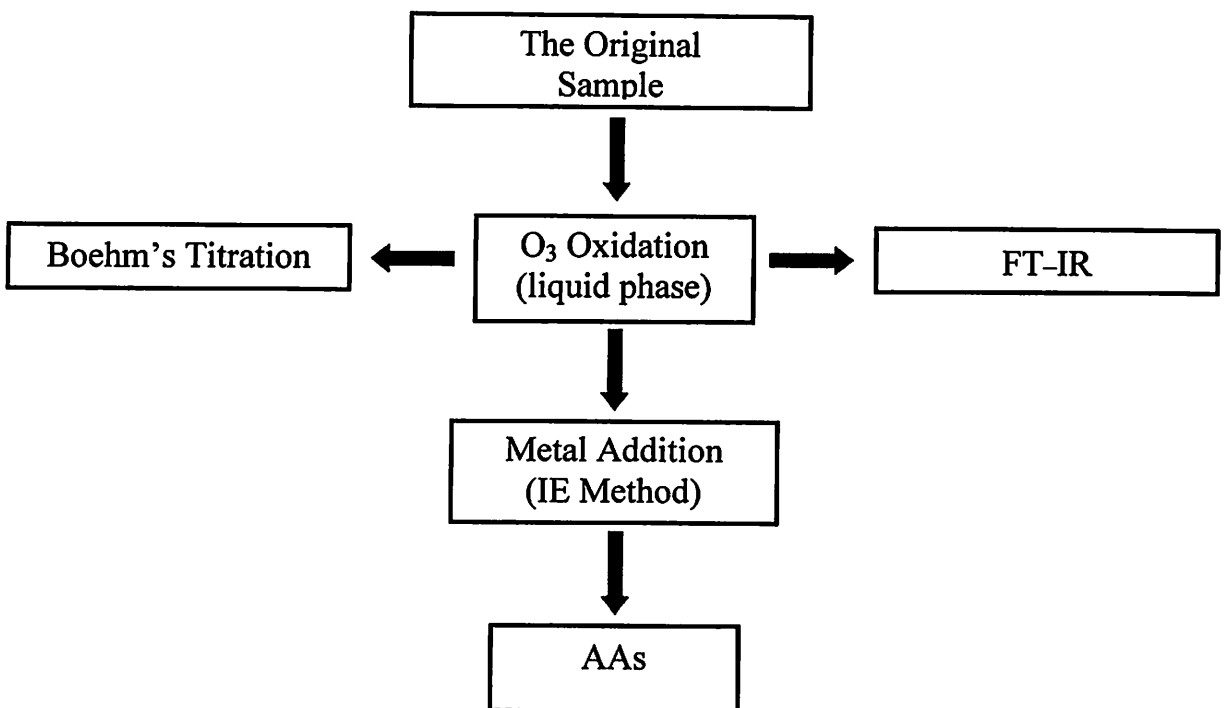
- 3) ห้องปฏิบัติการ กองวัสดุวิศวกรรม กรมวิทยาศาสตร์บริการ

#### 3.2 วัสดุที่ใช้และวิธีทดลอง

ตัวอย่างทั้งหมดของถ่านหญ้าเนเปียร์ที่ใช้ในการศึกษาสนับสนุนโดยบริษัท เอ็นไวร์ ควอลิตี้ จำกัด ซึ่งเป็นเจ้าของสิทธิ์หญ้าเนเปียร์พันธุ์เขียวสยาม จากแปลงทดลองที่จังหวัดชัยภูมิ โดยวิธีการทดลองที่ใช้ในการศึกษาสมบัติของถ่านประกอบไปด้วยขั้นตอนต่อไปนี้คือ การปรับปรุงถ่านให้มีลักษณะพิเศษโดยการออกซิเดชันเพื่อใช้ในการดูดซับโลหะหนัก (Fe) ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของถ่านตัวอย่างเป็นผลที่เกิดจากการออกซิไดส์ด้วยไอโซน ( $O_3$ ) ซึ่งทำการตรวจสอบโดยใช้ FT-IR spectroscopy และ Boehm's Titration ส่วนการหาความเข้มข้นของโลหะสังกะสีที่ได้จากการจุ่มจุ่ม (Impregnated) ถ่านตัวอย่างในกระบวนการเติมโลหะด้วยการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange) สามารถตรวจวัดด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ที่เรียกว่า Atomic Absorption Spectroscopy (AAs) นอกจากนี้พื้นที่ผิวและปริมาตรของรูพรุนของถ่านหญ้าเนเปียร์ ยังสามารถวิเคราะห์หาได้โดยการใช้เครื่องมือ BET Analysis วิธีการทดลองทั้งหมดแสดงในรูป 3.1 และ 3.2



รูปที่ 3.1 วิธีการดำเนินการวิจัยสำหรับตัวอย่างถ่านจากหญ้าเนเปียร์



รูปที่ 3.2 วิธีการดำเนินการวิจัยสำหรับตัวอย่างถ่านที่ถูกออกซิไดส์ด้วย O<sub>3</sub>

### 3.3 การเผาให้เป็นถ่าน

ขั้นตอนนี้ เป็นการแปรสภาพอินทรีย์วัตถุให้เป็นถ่าน ทำโดยการนำวัตถุดิบที่มีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลักมาเผาในสถานะที่มีออกซิเจนอยู่น้อยกว่าปริมาณออกซิเจนที่ต้องใช้สำหรับการเผาไหม้อย่างสมบูรณ์ ในระยะแรก ไฮโดรเจน ไนโตรเจน และออกซิเจน จะสลายออกมาก่อน ในรูปแก๊ส ทำให้ได้ถ่านที่มีสัดส่วนของคาร์บอนเป็นองค์ประกอบสูงขึ้น เมื่อให้อุณหภูมิสูงขึ้น สารอินทรีย์จะแตกสลายพร้อมกับปล่อยน้ำมันดิบ (Tar) และสารอื่นๆ เป็นจำนวนมากออกมา สีของวัตถุดิบเริ่มเปลี่ยนเป็นสีดำ เนื่องจากปฏิกิริยาคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization) ของเซลลูโลส และลิกนินเป็นหลัก เซลลูโลสจะสูญเสียมากที่สุดในช่วงนี้ ถ่านที่ได้มีความสามารถในการดูดซับต่ำ เพราะมีพื้นที่ผิวและรูพรุนน้อย และยังคงมีน้ำมันดิบบางส่วน ตกค้างอยู่ใน รูพรุนหรือเกาะอยู่ตามผิว จึงจำเป็นต้องนำถ่านนี้ไปผ่านขั้นตอนการเพิ่มประสิทธิภาพให้สูงขึ้น เพื่อความสามารถในการดูดซับ แสดงดังรูปที่ 3.3 3.4 และ รูปที่ 3.5



รูปที่ 3.3 การเตรียมหญ้าเนเปียร์เพื่อเผาเป็นถ่าน



รูปที่ 3.4 การเตรียมหญ้าเนเปียร์เพื่อเผาเป็นถ่านด้วยเทคโนโลยีชาวบ้าน



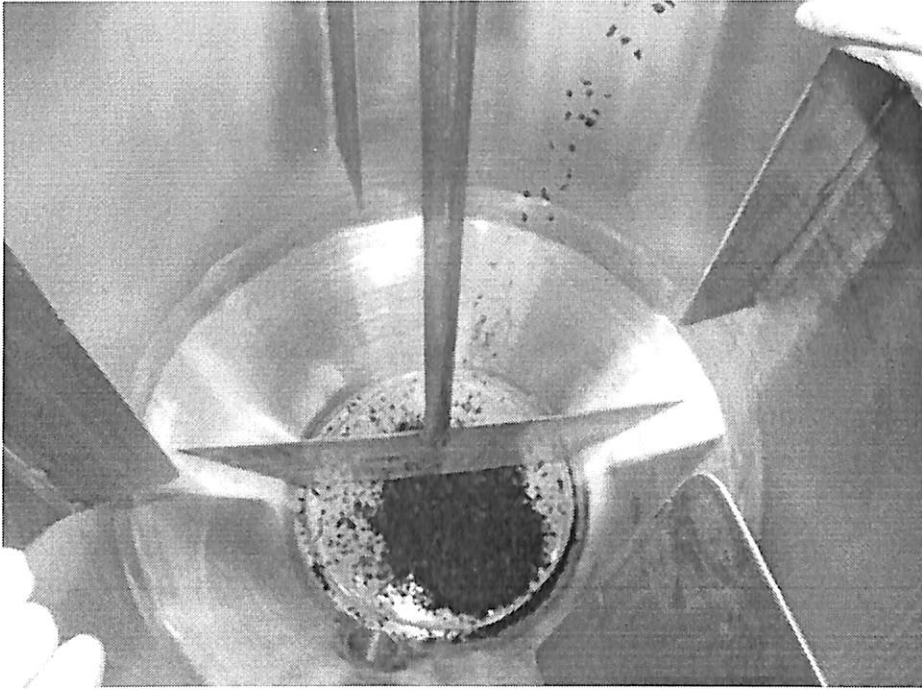
รูปที่ 3.5 ถ่านที่ได้จากหญ้าเนเปียร์เขียวสยาม

### 3.4 วิธีการปรับปรุงพื้นผิวด้วยการออกซิไดส์ด้วยโอโซน

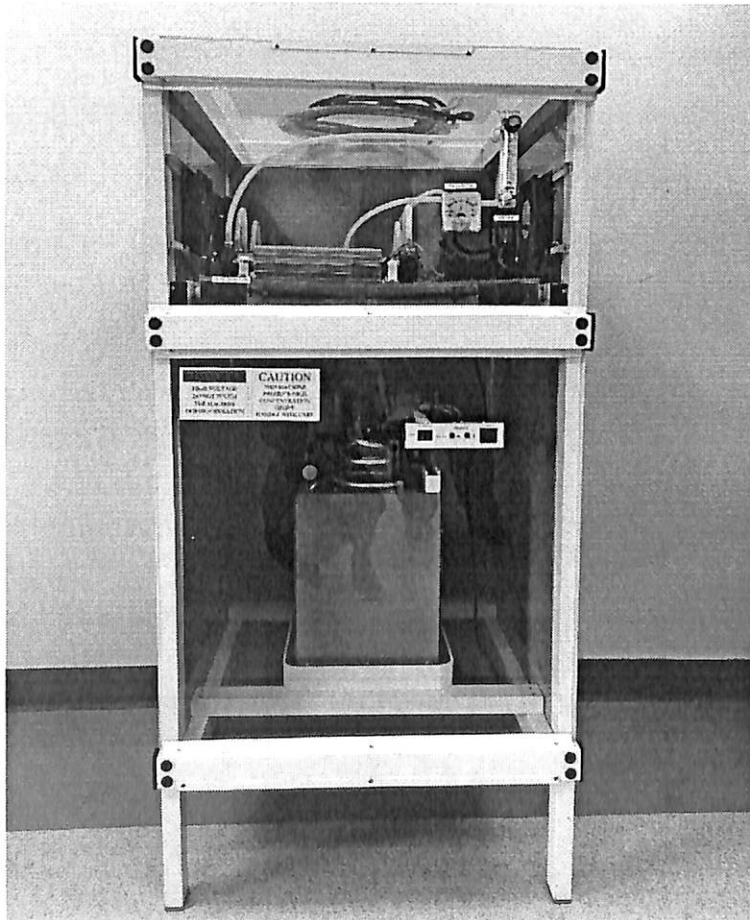
สำหรับการออกซิไดส์ด้วยโอโซนในวิถุภาคของเหลว โดยนำถ่านตัวอย่างที่ได้จากการเผา โดยเทคโนโลยีชาวบ้านมาบดให้เป็นเกล็ดขนาดไม่ละเอียดมากนัก ประมาณ 5 กิโลกรัมใส่เข้าไปในถังกวนสแตนเลสแล้วเติมน้ำ ประมาณ 20 ลิตร และกวนอย่างต่อเนื่อง ดังแสดงในรูปที่ 3.6 และรูปที่ 3.7 แก๊สโอโซนจากเครื่องกำเนิดโอโซนถูกส่งผ่านท่อเข้าไปในถังกวนสแตนเลส ดังแสดงในรูปที่ 3.8 เครื่องกำเนิดโอโซนชนิดโคโรนาดีสชาร์จ สามารถผลิตแก๊สโอโซนได้ 15 กรัมต่อชั่วโมง ด้วยอัตราการไหลของอากาศสูงสุดที่ใช้ในการทดลอง 10 ลิตรต่อนาที การทดลองในวิถุภาคของเหลว นี้ได้มีการกำหนดคุณสมบัติที่ 30 องศาเซลเซียส ช่วงเวลาที่ใช้ในการออกซิไดส์คือ 30 60 90 และ 120 นาที



รูปที่ 3.6 ถังกวนสแตนเลสขนาดบรรจุ 50 ลิตร (1)



รูปที่ 3.7 ถังกวนสแตนเลสขนาดบรรจุ 50 ลิตร (2)



รูปที่ 3.8 เครื่องกำเนิดไอโซน ชนิดโคโรนาดีสชาร์จ 15 กรัมไอโซนต่อชั่วโมง

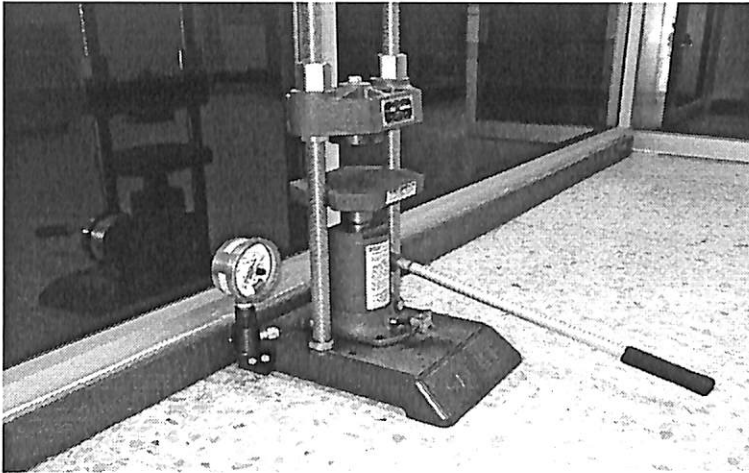
### 3.5 การเติมโลหะโดยการแลกเปลี่ยนไอออน

นำเอาตัวอย่างถ่านใต้การเผาถ่านเปียกรับมาออกซิไดส์ด้วย  $O_3$  ชนิดละประมาณ 10–20 กรัม มาผสมกับสารละลาย Iron (II) Chloride ( $FeCl_2$ ) ไอออนของเหล็ก ( $Fe^{2+}$ ) ที่ได้จากสารละลาย  $FeCl_2$  สามารถจับติดกับพื้นผิวของคาร์บอนโดยกระบวนการแลกเปลี่ยนไอออนในสารละลาย (Cal, et al., 2000) ความเข้มข้นของสารละลาย 0.10 โมลาร์ จากนั้นจึงคนสารผสมอย่างต่อเนื่อง โดยใช้เวลา 30 นาทีที่อุณหภูมิห้อง หลังจากกระบวนการเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ แล้วล้างถ่านกัมมันต์ ตัวอย่างด้วยน้ำกลั่นขจัดไอออน สุดท้ายนำตัวอย่างไปกรองและทำให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

### 3.6 การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะโดยใช้ Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

หมู่ฟังก์ชันบนพื้นผิวของถ่านตัวอย่างถูกพิสูจน์เอกลักษณ์ จากการส่งผ่านสเปกตรัมของ อินฟราเรดที่ได้จาก FT-IR (TENSOR 27) การวิเคราะห์ทำได้โดยเตรียมถ่านจากหุ้มาที่บดละเอียด เป็นผงจำนวน 1.0 มิลลิกรัม ผสมกับโพแทสเซียมไอโอไดด์ : KBr (Merck; for spectroscopy) จำนวน 300 มิลลิกรัม บดให้เข้ากันในโกร่งบด แล้วนำมาทำเป็นแผ่นดิสก์ขนาดเล็กเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร ความหนา 1–2 มิลลิเมตร โดยเครื่องอัดแรงดันสูงที่ 15,000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว (รูปที่ 3.9) ซึ่งดิสก์จะมีความโปร่งใสต่อการแผ่รังสี IR และสามารถวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันได้โดยตรง ทั้งนี้ FT-IR สเปกตรัมของถ่านตัวอย่างถูกบันทึกในช่วงระหว่าง 4000 และ 800  $cm^{-1}$  โดยใช้ดังต่อไปนี้

- 1) ถ่านตัวอย่างที่ไม่ผ่านการออกซิไดส์ด้วย  $O_3$
- 2) ถ่านตัวอย่างจากการออกซิไดส์ด้วย  $O_3$  เป็นเวลา 30 นาที
- 3) ถ่านตัวอย่างจากการออกซิไดส์ด้วย  $O_3$  เป็นเวลา 60 นาที
- 4) ถ่านตัวอย่างจากการออกซิไดส์ด้วย  $O_3$  เป็นเวลา 90 นาที
- 5) ถ่านตัวอย่างจากการออกซิไดส์ด้วย  $O_3$  เป็นเวลา 120 นาที



รูปที่ 3.9 เครื่องอัดแรงดันสูงในการเตรียมแผ่น KBr

### 3.7 การวิเคราะห์โดยวิธี (Boehm's Titration)

การไทเทรตด้วยวิธีของ Boehm ซึ่งอธิบายอยู่ในเอกสารที่เกี่ยวข้องของ Moreno-Castilla, et al., 1998 โดยวิธีนี้สามารถคำนวณหาความเข้มข้นของหมู่ฟังก์ชันกรดที่อยู่บนพื้นผิวของถ่านตัวอย่างภายใต้ข้อสมมุติต่อไปนี้ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ทำปฏิกิริยาพอดีกับหมู่ฟังก์ชันของกรดคาร์บอกซิลิก ฟีนอลิกและกรดแลคโทนิค โดยที่โซเดียมคาร์บอเนต ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) จะทำปฏิกิริยาพอดีกับหมู่ฟังก์ชันของกรดคาบออกซิลิกและกรดฟีนอลิกเท่านั้น สำหรับโซเดียมไบคาร์บอเนต ( $\text{NaHCO}_3$ ) จะทำปฏิกิริยาพอดีกับหมู่ฟังก์ชันของกรดคาร์บอกซิลิกเท่านั้น วิธีการดำเนินการคือการนำเอาถ่านตัวอย่างจำนวน 1.0 กรัม ผสมกับสารละลายอย่างละ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อไปนี้ NaOH,  $\text{NaHCO}_3$  และ  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ที่มีความเข้มข้นอย่างละ 1 โมลาร์ โดยมีการคนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นจึงทำการแยกของแข็งกับสารละลายออกจากกันโดยการกรอง แล้วนำสารละลายที่ได้แต่ละชนิดไปไทเทรตกับกรดไฮโดรคลอริก 0.1 โมลาร์ ส่วนประกอบที่เป็นหมู่ฟังก์ชันกรดฟีนอลิกบนผิวถ่าน คำนวณหาได้จากปริมาณของ 0.1 M  $\text{NaHCO}_3$  ที่ถ่านตัวอย่างใช้ไป สำหรับส่วนประกอบที่เป็นหมู่ฟังก์ชันแลคโทนิคบนผิวถ่าน คำนวณหาได้จากความแตกต่างระหว่างปริมาณของ 0.1 M  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  และ 0.1 M  $\text{NaHCO}_3$  ที่ถ่านตัวอย่างใช้ไป นอกจากนี้หมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิก หาได้โดยการลบปริมาณของ 0.1 M  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ที่ถ่านตัวอย่างใช้ไปจากปริมาณของ 0.1 M NaOH ที่ถูกใช้ไป โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ถือเป็นเบสที่ใช้ทั่วไปในห้องปฏิบัติการ ดังแสดงในรูปที่ 3.10 3.11 และรูปที่ 3.12 อย่างไรก็ตามเป็นเรื่องยากที่จะได้โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เป็นของแข็งบริสุทธิ์เพราะว่า NaOH สามารถดูดความชื้นจากอากาศได้ ดังนั้นสารละลายจึงทำปฏิกิริยากับคาร์บอนไดออกไซด์ (Chang, 2002) ทั้งนี้จึงเป็นเหตุผลที่จะต้องนำโซเดียม



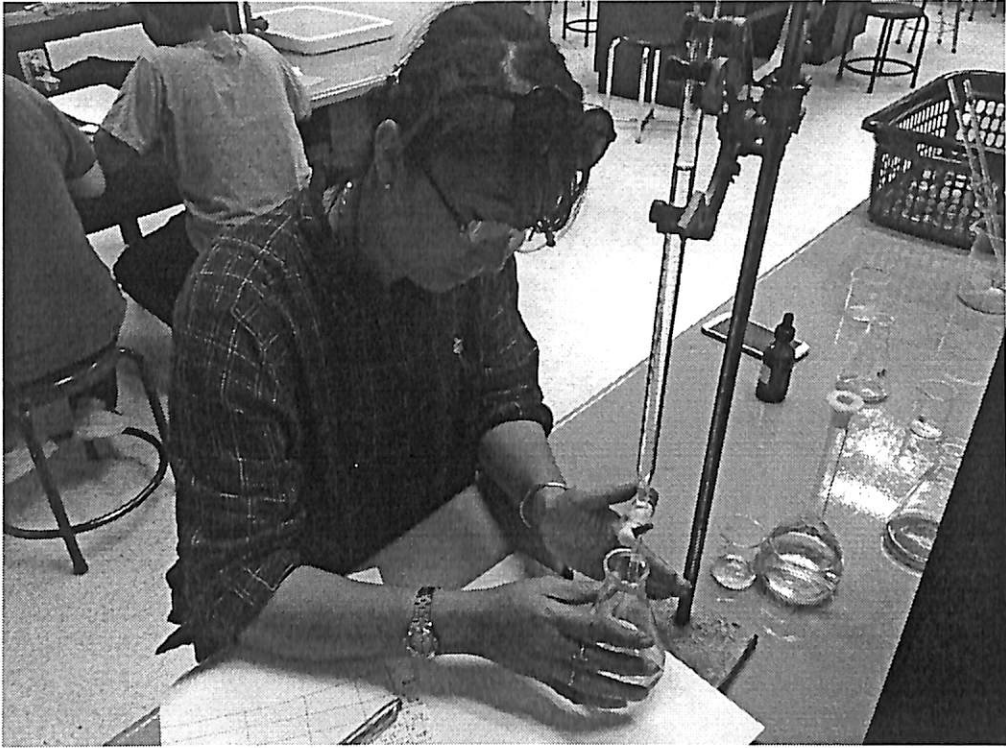
ไฮดรอกไซด์ไปสอบเทียบกับสารละลายปฐมภูมิก่อน เพื่อให้ทราบความเข้มข้นที่ถูกต้องและแม่นยำ สำหรับกรดที่เลือกใช้เป็นสารละลายปฐมภูมิคือ potassium hydrogen phthalate (KHP) มีสูตรโมเลกุลคือ  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  ลักษณะของสาร KHP เป็นของแข็งสีขาวมีความบริสุทธิ์สูง นอกจากนี้  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaHCO}_3$  และ  $\text{HCl}$  ก็ต้องนำไปสอบเทียบกับสารละลายมาตรฐานก่อนใช้ในการวิเคราะห์



รูปที่ 3.10 การเตรียมการวิเคราะห์โดยวิธีของ Boehm ด้วยการเขย่าอย่างต่อเนื่อง 24 ชั่วโมง



รูปที่ 3.11 การเตรียมการวิเคราะห์โดยวิธีของ Boehm สำหรับหาหมู่ฟังก์ชันหลังการเขย่า

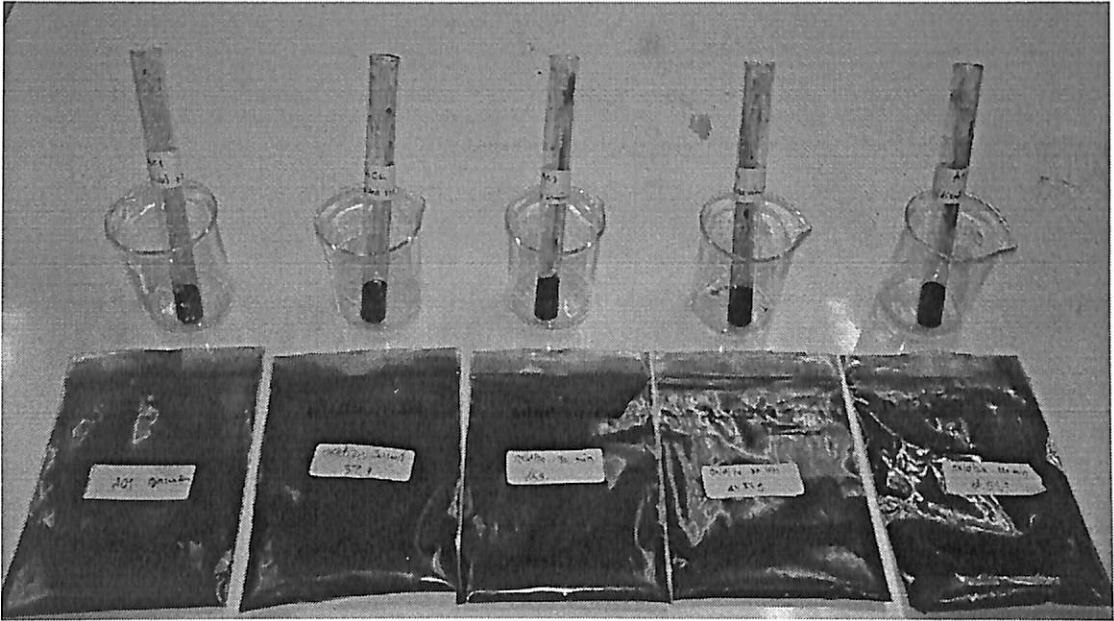


รูปที่ 3.12 วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันกรดบนผิวของถ่าน โดย Boehm's Titration

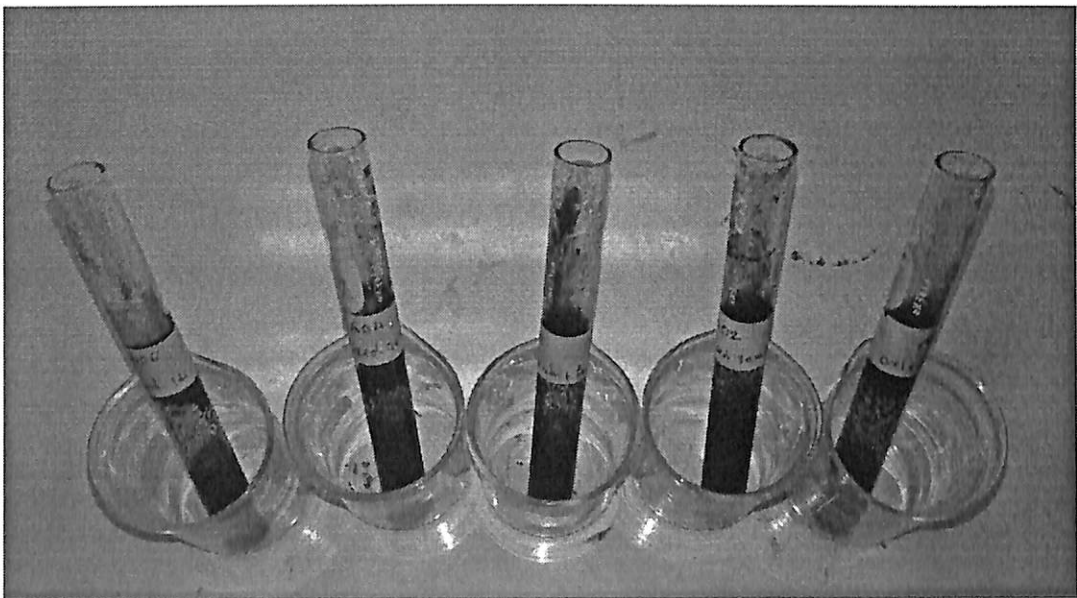
### 3.8 การวิเคราะห์โดยใช้เครื่องมือ(Atomic Absorption Spectroscopy :AAs)

โลหะหนักที่ใช้ในกระบวนการจุ่มจุ่ม (Impregnated) ถ่านตัวอย่างโดยการแลกเปลี่ยนไอออน สามารถตรวจวัดปริมาณของเหล็กโดยเครื่องมือวิเคราะห์ที่เรียกว่า Atomic Absorption Spectrophotometer (AAs) โดยถ่านตัวอย่างจะถูกนำไปละลายใน Hydrochloric Acid Aqua Regia ดังแสดงในรูปที่ 3.13 และรูปที่ 3.14 ซึ่งสารละลาย Aqua Regia นี้เป็นส่วนผสมของกรดไนตริกเข้มข้น 1 ส่วนกับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 ส่วน อะตอมของเหล็กจาก Atomizer จะถูกดูดกลืนที่ความยาวคลื่น 213.9 นาโนเมตร ดังนั้นจึงได้นำเอาเทคนิคการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ Atomic Absorption Spectrophotometer เพื่อใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างต่อไปนี้ (รูปที่ 3.15)

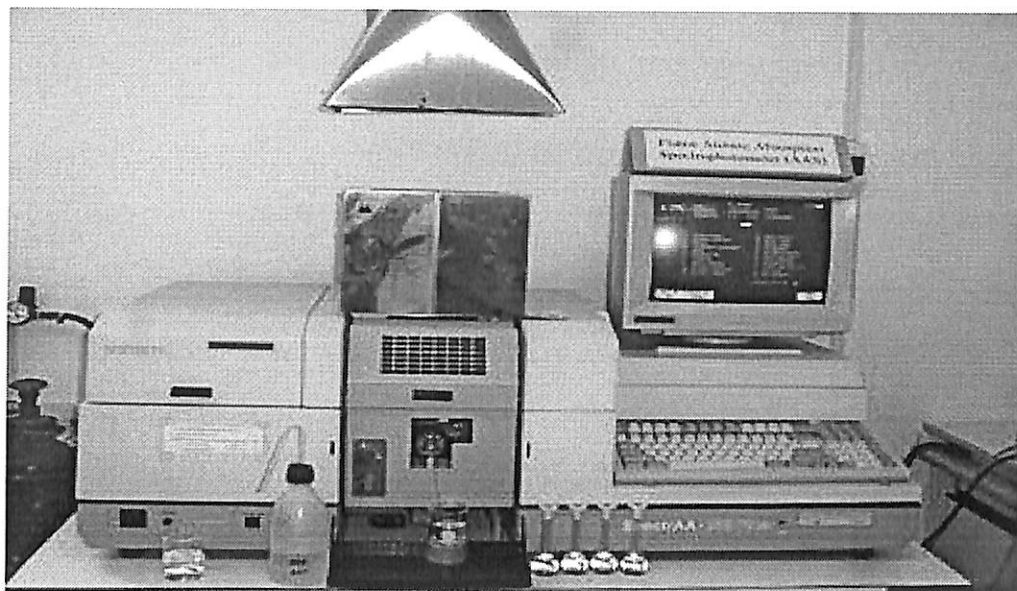
- 1) ถ่านตัวอย่างที่ไม่ผ่านการออกซิไดส์ด้วย  $O_3$
- 2) ถ่านตัวอย่างจากการออกซิไดส์ด้วย  $O_3$  เป็นเวลา 30 นาที
- 3) ถ่านตัวอย่างจากการออกซิไดส์ด้วย  $O_3$  เป็นเวลา 60 นาที
- 4) ถ่านตัวอย่างจากการออกซิไดส์ด้วย  $O_3$  เป็นเวลา 90 นาที
- 5) ถ่านตัวอย่างจากการออกซิไดส์ด้วย  $O_3$  เป็นเวลา 120 นาที



รูปที่ 3.13 เตรียมถ่านตัวอย่างที่ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออน ไปละลายในสารละลาย Aqua Regia



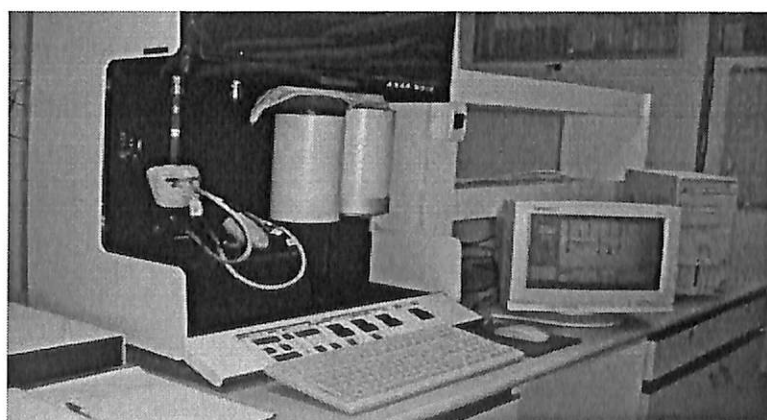
รูปที่ 3.14 ถ่านตัวอย่างละลายใน Aqua Regia เพื่อเตรียมไปตรวจวัดด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ AAs



รูปที่ 3.15 เครื่องมือวิเคราะห์ Atomic Absorption Spectrophotometer (AAs)

### 3.9 การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวและรูพรุนไมโคร (BET Surface Area and Micropores Analysis)

พื้นที่ผิวเฉพาะและปริมาณรูพรุนของถ่านตัวอย่างหาได้จากไอโซเทอมการดูดซับของไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน โดยใช้เครื่องมือ Automatic Surface Analyzer Instrument ที่แสดงในรูปที่ 3.16 ทฤษฎี BET (Brunauer–Emmett–Teller) และสมการของ DR (Dubinin–Radushkevich) ใช้สำหรับหาพื้นที่ผิวเฉพาะและปริมาณรูพรุนตามลำดับ ปริมาตรรูพรุนรวมหาได้จากจำนวนของไนโตรเจนแก๊สที่ถูกดูดซับ ณ ความดันสัมพัทธ์ของ 0.98 โดยการคำนวณกลับเป็นปริมาณของไนโตรเจนในสถานะของเหลวซึ่งใช้คำนวณหา ถ่านตัวอย่างที่ไม่ผ่านการออกซิไดส์ด้วย  $O_3$



รูปที่ 3.16 เครื่องมือวิเคราะห์ Automatic Surface Analyzer